

Л. И. Верещагин, О. Н. Верховина, Ф. А. Покатилов,
А. Г. Пройдаков, В. Н. Кижняев*

СИНТЕЗ ПОЛИЯДЕРНЫХ ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИХ
ПОЛИАЗОТИСТЫХ СИСТЕМ НА ОСНОВЕ ЦИАНУРХЛОРИДА
И ЕГО ПРОИЗВОДНЫХ

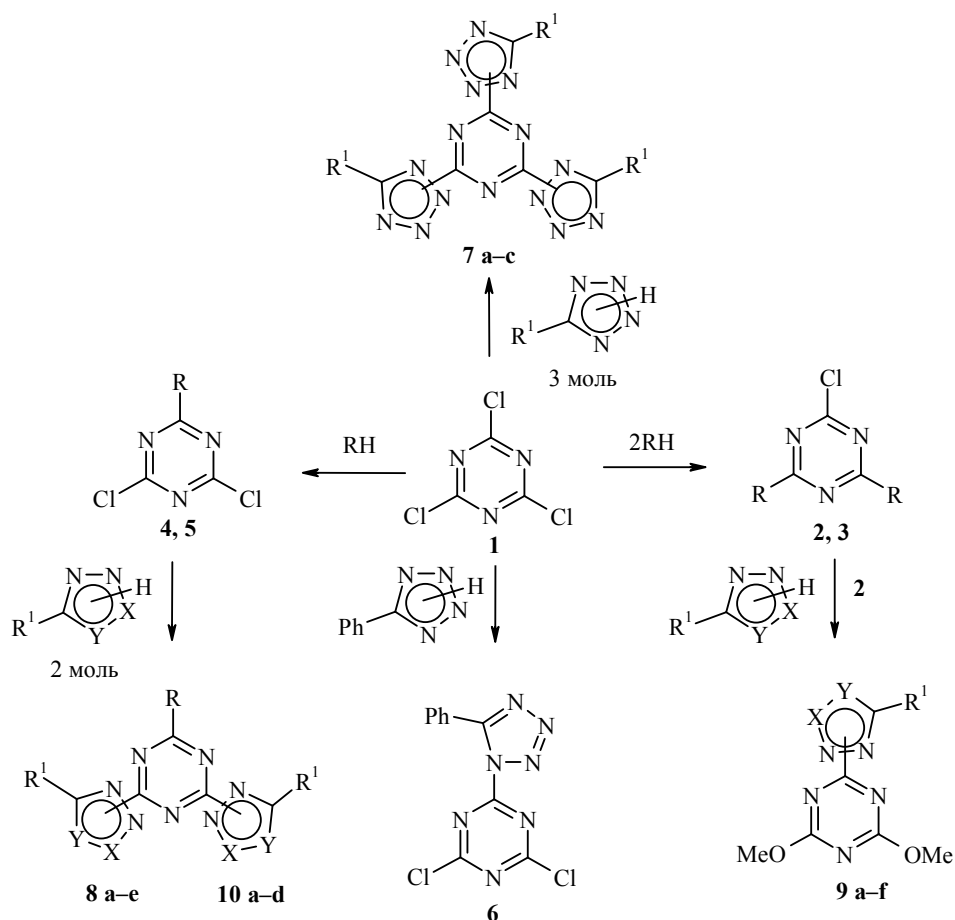
Реакцией цианурхлорида и его моно- и дихлорпроизводных с триазолами и тетразолами в присутствии оснований синтезированы полиядерные структуры, содержащие несколько гетероциклов различной природы.

Ключевые слова: тетразолы, триазины, триазолы, полиядерные гетероциклические системы.

Ранее в наших работах была показана принципиальная возможность синтеза неконденсированных полиядерных триазол- и тетразолсодержащих блоков постепенным введением новых гетероциклов к исходному азолу [1, 2]. В продолжение этих исследований в настоящей работе рассмотрен вариант синтеза полиядерных структур на основе базовой молекулы цианурхлорида (1), 4,6-диметокси-2-хлор-1,3,5-триазина (2), 4,6-диморфолино-2-хлор-1,3,5-триазина (3), 6-метокси-2,4-дихлор-1,3,5-триазина (4) и 2,4-дихлор-6-диэтиламино-1,3,5-триазина (5). Как известно, цианурхлорид активно вступает во взаимодействие с различными нуклеофилами [3, 4]. Предполагалось, что это соединение и его производные не менее активно будут взаимодействовать с азолами, образуя полиядерные структуры. Известно, что в реакциях замещения в цианурхлориде первоначально довольно легко реагирует один из атомов хлора [3, 4]. Действительно, реакция 1 моль 5-фенилтетразола с цианурхлоридом при 0–5 °С приводит к получению 2-(5-фенилтетразол-1-ил)-4,6-дихлор-1,3,5-триазина (6). Замещение других атомов хлора требует уже несколько более высокой температуры реакции. Так, при взаимодействии цианурхлорида с 3 моль тетразола, 5-фенилтетразола, этил(тетразол-5-ил)ацетата в виде триэтиламмониевых солей или в присутствии гидрокарбоната натрия в водно-ацетоновой среде при 15–25 °С образуются тризамещенные полиядерные азолисодержащие соединения **7a–c**, в основе которых лежит 1,3,5-триазиновый цикл. Как правило, выделенные соединения представляют собой высокоплавкие вещества, трудно растворимые в органических растворителях. Для получения полициклических соединений с более низкими температурами плавления и растворимых в органических растворителях в молекулу триазинового цикла были введены метоксильные и алкиламиногруппы. При этом были

синтезированы монохлортриазины **2, 3** и дихлортриазины **4, 5**, которые в дальнейшем вводили в реакцию замещения с азолами. В литературе [3] приводится метод получения дихлортриазина **4** реакцией цианурхлорида с большим избытком метанола, однако, при его воспроизведении часто образуется трудноразделимая смесь метоксизамещенных моно- и дихлортриазинов **2, 4**. Использование трехкратного избытка метанола в реакции с цианурхлоридом позволило получить индивидуальный дихлортриазин **4** с высоким выходом.

При взаимодействии с азолами дихлортриазин **4** оказался более активным по сравнению с монохлортриазинным соединением **2**. Взаимодействие его с этими гетероциклами при комнатной температуре приводит к образованию трициклических соединений **8a-e**. Два атома хлора дихлортриазина **4** легко замещаются на тетразольные, 1,2,4-триазольные и 4-нитро-1,2,3-триазольные циклы.



2, 4 R = OMe; **3** R = N(CH₂)₄O; **5** R = NEt₂; **7a** R¹ = H, **b** R¹ = Ph, **c** R¹ = CH₂CO₂Et;
8a-e R = OMe; **a** R¹ = H, X = Y = N, **b** R¹ = Ph, X = Y = N, **c** R¹ = CH₂CO₂Et, X = Y = N,
d R¹ = NO₂, X = N, Y = CH, **e** R¹ = H, X = CH, Y = N; **9 a** R¹ = H, X = Y = N,
b R¹ = Ph, X = Y = N, **c** R¹ = CH₂CO₂Et, X = Y = N, **d** R¹ = NO₂, X = N, Y = CH, **e** R¹ = NO₂,
X = N, Y = CPh, **f** R¹ = H, X = CH, Y = N; **10a-d** R = NEt₂; **a** R¹ = H, X = Y = N, **b** R¹ = Ph,
X = Y = N, **c** R¹ = NO₂, X = N, Y = CH, **d** R¹ = H, X = CH, Y = N

В более жестких условиях, при длительном кипячении в ацетоне,

происходит замещение хлора в триазине **2** с перечисленными выше азолами в присутствии бикарбоната натрия и образуются 4,6-диметокси-2-тетразолил(триазолил)-1,3,5-триазины **9a–f**. Во всех случаях замещения хлора возможно образование изомерных соединений с участием различных атомов азота в гетероцикле азолов. Однако как правило, дробной кристаллизацией продуктов реакции удастся выделить один из изомеров.

В ИК спектрах полученных метоксизамещенных соединений фиксируются полосы валентных колебаний связи С–О–С в области 1271–1186 и колебаний связей С=N гетероциклов при 1567–1603 см⁻¹. В спектрах ЯМР ¹³С метоксизамещенных триазинов в области 172–174 м. д. наблюдаются характерные сигналы, соответствующие атомам углерода триазиновых колец, связанных с метоксигруппой; в области 160–163 м. д. – характерные сигналы атомов углерода триазиновых колец, в качестве заместителей несущих азольный гетероцикл; сигналы атомов углерода самой метоксигруппы находятся в области 55–57 м. д.

При взаимодействии дихлортриазина **5** с азолами были получены соответствующие неконденсированные полиядерные структуры **10a–d** с диалкиламиногруппой в триазиновом кольце. Реакцию проводили в присутствии гидрокарбоната натрия при длительном кипячении в ацетоне. В отличие от дихлортриазина **5** при взаимодействии азолов с диморфолилотриaziном **3** не удалось получить желаемых полиазотистых соединений, даже с использованием более сильного основания – гидроксида натрия.

В спектрах ЯМР ¹³С аминзамещенных триазинов в области 163–165 фиксируются сигналы атомов углерода триазиновых колец, несущих диэтиламиногруппу; при 156–162 – атомов углерода триазиновых колец, имеющих азольный заместитель; в области 12–14 – сигналы атомов углерода метильных групп, в области 41–45 м. д. – сигналы метиленовых групп при атоме азота диэтиламинного фрагмента.

Введение амино- и метоксильных фрагментов позволило несколько снизить температуры плавления и повысить растворимость полученных веществ в органических растворителях. Все тетразолсодержащие полиядерные триазины **7c**, **8b,c**, **9b**, **10b** термически нестабильны и разлагаются при температуре плавления.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Спектры ЯМР ¹³С зарегистрированы на спектрометре Varian VXR-500S (126 МГц) в ДМСО (соединения **6**, **7a–c**, **8a,b,d,e**, **9b,e**, **10a–d**) и ацетоне (соединения **8c**, **9a,c,d,f**), сигналы метильных групп которых использованы в качестве внутреннего стандарта (29.5 и 39.5 м. д. соответственно). ИК спектры получены на приборе Infracum FT-801 в вазелиновом масле на стеклах KBr. Элементный анализ произведен на CHN-анализаторе FLASH BA 1112 Series. Соединения **2**, **3**, **5** получены по методам [3, 4].

6-Метокси-2,4-дихлор-1,3,5-триазин (4). К суспензии 6 г (32 ммоль) цианурхлорида **1**, 2.8 г (90 ммоль) метанола и 3 мл воды при комнатной температуре и перемешивании добавляют порциями 2.9 г NaHCO₃. После прекращения выде-

ления углекислого газа реакционную массу перемешивают 1 ч, выливают в 200

мл холодной воды со льдом. Выпавший осадок отфильтровывают, сушат на воздухе. Запаковывают в бумажный фильтр и экстрагируют кипящим гексаном. После удаления растворителя выход 8.2 г (83%), т. пл. 88–89 °С (т. пл. 89–90 °С [3]).

2-(5-Фенилтетразол-1-ил)-4,6-дихлор-1,3,5-триазин (6). К раствору 1 г (5.4 ммоль) цианурхлорида **1** в 15 мл ацетона при 2–4 °С прибавляют по каплям 0.79 г (5.4 ммоль) 5-фенилтетразола и 0.54 г (5.4 ммоль) триэтиламина в 15 мл ацетона. Реакционную массу перемешивают 1 ч при 2–4 °С, затем выливают в холодную воду, выпавший осадок отфильтровывают. Выход 0.8 г (50%), т. пл. 192–195 °С (с разл.). ИК спектр, ν , см⁻¹: 1636 (C=N гетероцикла). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д.: 142.5 (C тетразола); 149.4 (2C-4,6 триазина); 165.6 (C-2 триазина); 124.6–132.2 (C Ph). Найдено, %: C 39.92; H 1.03; N 33.87. C₁₀H₅Cl₂N₇. Вычислено, %: C 40.82; H 1.7; N 33.33.

2,4,6-Три(тетразол-1-ил)-1,3,5-триазин (7a). К раствору 0.9 г (12.9 ммоль) тетразола и 0.72 г (3.9 ммоль) цианурхлорида **1** в 10 мл ацетона и 1 мл воды добавляют порциями при комнатной температуре и перемешивании 1.1 г (12.9 ммоль) NaHCO₃, кипятят 30 мин, охлаждают, выливают в холодную воду, выпавший осадок отфильтровывают, промывают кипящим этанолом. Выход 0.2 г (18%), т. пл. >350 °С, в пламени горелки разлагается со взрывом. ИК спектр, ν , см⁻¹: 1636 (C=N гетероцикла). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д.: 142.6 (3C тетразола); 159.8 (3C триазина).

2,4,6-Три(5-фенилтетразол-2-ил)-1,3,5-триазин (7b). К раствору триэтиламинной соли, полученной из 1.5 г (10 ммоль) 5-фенилтетразола и 1.02 г (10 ммоль) триэтиламина в 10 мл ацетона прибавляют по каплям при 13–15 °С и перемешивании 0.61 г (3 ммоль) цианурхлорида **1** в 15 мл ацетона, перемешивают при комнатной температуре 1 ч и выливают в 100 мл холодной воды. Кремовый осадок отфильтровывают, сушат на воздухе. Выход 1.3 г (74%), т. пл. >300 °С (возгоняется). ИК спектр, ν , см⁻¹: 1620 (Ph), 1636 (C=N гетероцикла). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д.: 164.3 (3C триазина); 164.4 (3C тетразола); 130.8 (3C-*p* Ph); 128.9 (3C-*m* Ph); 126.1 (3C-*o* Ph); 125.5 (3C-*ipso* Ph). Найдено, %: C 55.21; H 3.01; N 41.20. C₂₄H₁₅N₁₅. Вычислено, %: C 56.14; H 2.92; N 40.94.

2,4,6-Три(5-этоксикарбонилметилтетразол-2-ил)-1,3,5-триазин (7c) получают аналогично соединению **7a** из 0.86 г (4.7 ммоль) цианурхлорида **1**, 2.3 г (15.4 ммоль) этил(тетразол-5-ил)ацетата и 1.3 г (15.4 ммоль) NaHCO₃. Выход 0.65 г (26%), т. пл. 180 °С (с разл., из этанола). ИК спектр, ν , см⁻¹: 1710 (C=O), 1640 (C=N гетероцикл). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д.: 13.4 (3C, CH₃CH₂); 60.5 (3C, CH₃CH₂O); 31.5 (3C, CH₂C=O); 166.9 (3C, C=O); 161.5 (3C триазина); 159.7 (3C тетразола). Найдено, %: C 38.84; H 3.23; N 39.78. C₁₈H₂₁N₁₅O₆. Вычислено, %: C 39.78; H 3.87; N 38.67.

6-Метокси-2,4-ди(тетразол-1-ил)-1,3,5-триазин (8a). К раствору 0.65 г (3.5 ммоль) триазина **4** и 0.52 г (7.5 ммоль) тетразола в 25 мл ацетона и 3 мл воды при 25 °С и перемешивании добавляют порциями 0.22 г (7.6 ммоль) NaHCO₃. После перемешивания в течение 2 ч реакционную массу оставляют на ночь, затем выливают в 50 мл холодной воды. Осадок отфильтровывают. Выход 0.48 г (54%), при 165 °С разлагается со взрывом, чувствителен к нагреву, трению и удару. ИК спектр, ν , см⁻¹: 1186 (–O–), 1625 (C=N гетероцикла). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д.: 172.3 (C-6 триазина); 160.5 (2C-2,4 триазина); 143.7 (2C тетразола), 56.7 (C, CH₃).

Соединения 8b–d получают аналогично соединению **8a**.

6-Метокси-2,4-ди(5-фенилтетразол-2-ил)-1,3,5-триазин (8b) получают из 0.29 г (1.6 ммоль) дихлортриазина **4**, 0.5 г (3.4 ммоль) фенилтетразола и 0.29 г (3.4 ммоль) NaHCO₃ в 10 мл ацетона и 1 мл воды. Выход 0.53 г (54%), т. пл. 154 °С (с разл.). ИК спектр, ν , см⁻¹: 1271 (–O–), 1590 (Ph), 1640 (C=N гетероцикла). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д.: 173.2 (C-6 триазина); 162.1 (2C-2,4 триазина);

163.5 (2C тетразола); 131.2 (2C-*p* Ph); 129.1 (2C-*m* Ph); 126.8 (2C-*o* Ph), 125.5 (2C-*ipso* Ph), 55.9 (C, CH₃). Найдено, %: C 53.34; H 3.03; N 37.48. C₁₈H₁₃N₁₁O. Вычислено, %: C 54.14; H 3.26; N 38.6.

6-Метокси-2,4-ди(5-этоксикарбонилтетразол-2-ил)-1,3,5-триазин (8с) получают из 1 г (5.6 ммоль) триазина **4**, 1.9 г (12.2 ммоль) этилового эфира (тетразол-5-ил)уксусной кислоты и 1 г (12.2 ммоль) NaHCO₃ в 10 мл ацетона и 2 мл воды. Выход 0.7 г (30%), т. пл. 168 °C (с разл.). ИК спектр, ν , см⁻¹: 1720 (C=O), 1186 (–O–), 1530 (C=N гетероцикла). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д.: 13.8 (2C, CH₃CH₂); 56.2 (C, OCH₃); 61.8 (2C, CH₃CH₂O); 32.9 (2C, CH₂C=O); 167.5 (2C, C=O); 161.5 (2C-2,4 триазина); 159.5 (2C тетразола); 172.7 (C-6 триазина). Найдено, %: C 39.02; H 3.54; N 35.14. C₁₄H₁₇N₁₁O₅. Вычислено, %: C 40.1; H 4.06; N 36.75.

6-Метокси-2,4-ди(4-нитро-1,2,3-триазол-2-ил)-1,3,5-триазин (8d) получают из 0.5 г (2.8 ммоль) триазина **4**, 0.7 г (6.1 ммоль) 4-нитро-1,2,3-триазола, 0.51 г (6.1 ммоль) NaHCO₃ в 10 мл ацетона и 1 мл воды. Выход 0.62 г (69%), т. пл. 131–133 °C. ИК спектр, ν , см⁻¹: 1219 (–O–), 1565 (NO₂), 1603 (C=N гетероцикла). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д.: 173.2 (C-6 триазина); 160.5 (2C-2,4 триазина); 153.6 (2C-4 триазола); 124.7 (2C-5 триазола); 56.6 (C, CH₃). Найдено, %: C 28.95; H 1.03; N 46.24. C₈H₅N₁₁O₅. Вычислено, %: C 28.66; H 1.49; N 45.97.

6-Метокси-2,4-ди(1,2,4-триазол-1-ил)-1,3,5-триазин (8е) получают из 0.6 г (3 ммоль) триазина **4**, 0.4 г (6 ммоль) 1,2,4-триазола и 0.59 г (7 ммоль) NaHCO₃ в 15 мл ацетона и 2 мл воды. Выход 0.27 г (33%), т. пл. 207 °C (из этанола). ИК спектр, ν , см⁻¹: 1236 (–O–). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д.: 173 (C-6 триазина); 162.1 (2C-2,4 триазина); 153.4 (2C-3 триазола); 146.1 (2C-5 триазола); 56.6 (C, CH₃). Найдено, %: C 39.50; H 3.01; N 51.83. C₈H₇N₉O. Вычислено %: C 39.18; H 2.86; N 51.43.

4,6-Диметокси-2-(тетразол-1-ил)-1,2,3-триазин (9а). К раствору триэтил-аммониевой соли из 0.4 г (5.7 ммоль) тетразола, 0.57 г (5.7 ммоль) триэтиламина в 10 мл ацетона при 25 °C и перемешивании прибавляют по каплям раствор 1 г (5.7 ммоль) триазина **2** в 5 мл ацетона, кипятят 3 ч и оставляют на ночь. Реакционную массу выливают в 100 мл холодной воды со льдом, осадок отфильтровывают. Выход 0.65 г (55%), т. пл. 154–156 °C (из этанола). ИК спектр, ν , см⁻¹: 1219 (–O–). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д.: 173.7 (2C-4,6 триазина); 161.1 (C-2 триазина); 143.1 (C тетразола); 55.9 (2C, CH₃). Найдено, %: C 34.71; H 3.05; N 45.95. C₆H₇N₇O₂. Вычислено, %: C 34.45; H 3.35; N 46.89.

Соединения 9b–е получают аналогично соединению **9а**.

4,6-Диметокси-2-(5-фенилтетразол-2-ил)-1,3,5-триазин (9b) получают из 0.9 г (6 ммоль) 5-фенилтетразола, 0.6 г (6 ммоль) триэтиламина и 1 г (5.6 ммоль) триазина **2** в 15 мл ацетона. Выход 0.8 г (47%) светло-кремового вещества с т. пл. 132–133 °C (с разл., из этанола). ИК спектр, ν , см⁻¹: 1595 (Ph), 1171 (–O–). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д.: 173.5 (2C-4,6 триазина); 161.5 (C-2 триазина); 164.4 (C тетразола); 131.2 (C-*p* Ph); 129.1 (C-*m* Ph); 126.8 (C-*o* Ph); 125.5 (C-*ipso* Ph); 55.9 (2C, CH₃). Найдено, %: C 49.11; H 4.09; N 35.43. C₁₂H₁₁N₇O₂. Вычислено, %: C 50.53; H 3.86; N 34.39.

Этиловый эфир [2-(4,6-диметокси-1,3,5-триазин-2-ил)тетразол-5-ил]-уксусной кислоты (9с) получают из 1 г (5.7 ммоль) триазина **2**, 0.9 г (5.7 ммоль) этилового эфира (тетразол-5-ил)уксусной кислоты и 0.58 г (5.7 ммоль) триэтиламина в 15 мл ацетона. Выход 0.5 г (30%), т. пл. 167 °C (с разл., из этанола). ИК спектр, ν , см⁻¹: 1150 (–O–), 1690 (COO), 1570 (C=N гетероцикла). Спектр ЯМР ¹³C, δ , м. д.: 13.8 (C, CH₃CH₂); 56.2 (2C, CH₃); 61.8 (C, CH₃CH₂O); 32.9 (C, CH₂C=O); 167.4 (C, C=O); 162.1 (C-2 триазина); 159.8 (C тетразола); 173.9 (2C-4,6 триазина). Найдено, %: C 41.15; H 4.78; N 32.87. C₁₀H₁₃N₇O₄. Вычислено, %: C 40.68; H 4.41; N 33.22.

4,6-Диметокси-2-(4-нитро-1,2,3-триазол-2-ил)-1,3,5-триазин (9d) получают из 1.4 г (8 ммоль) триазины **2**, 1 г (8.8 ммоль) 4-нитро-1,2,3-триазола и 0.88 г (8.8 ммоль) триэтиламина в 10 мл ацетона. Выход 0.6 г (30%), т. пл. 122–124 °С (из этанола). ИК спектр, ν , см^{-1} : 1180 (–O–), 1560 (NO_2). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 173.2 (2C-4,6 триазины); 162.3 (C-2 триазины); 153.5 (C-4 триазола); 122.8 (C-5 триазола); 55.4 (2C, CH_3). Найдено, %: C 33.74; H 2.82; N 37.12. $\text{C}_7\text{H}_7\text{N}_7\text{O}_4$. Вычислено, %: C 33.2; H 2.77; N 38.74.

4,6-Диметокси-2-(4-нитро-5-фенил-1,2,3-триазол-2-ил)-1,3,5-триазин (9e) получают из 0.87 г (5 ммоль) триазины **2**, 1 г (5.3 ммоль) 4-нитро-5-фенил-1,2,3-триазола и 0.53 г (5.3 ммоль) триэтиламина в 10 мл ацетона. Выход 0.75 г (47%), т. пл. 142–144 °С (промыт горячим этанолом). ИК спектр, ν , см^{-1} : 1600 (Ph), 1565 (NO_2). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 173.2 (2C-4,6 триазины); 163.1 (C-2 триазины); 151.5 (C-4 триазола); 143.9 (C-5 триазола); 130.3 (C-*p* Ph); 129.1 (C-*m* Ph); 128.3 (C-*o* Ph); 126.3 (C-*ipso* Ph); 56 (2C, CH_3). Найдено, %: C 46.72; H 3.02; N 31.11. $\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{N}_7\text{O}_4$. Вычислено, %: C 47.42; H 3.34; N 29.79.

4,6-Диметокси-2-(1,2,4-триазол-1-ил)-1,3,5-триазин (9f). К раствору 1 г (5.7 ммоль) соединения **2** и 0.41 г (6 ммоль) 1,2,4-триазола в 10 мл ацетона и 1 мл воды порциями добавляют 0.5 г (6 ммоль) NaHCO_3 . Реакционную смесь кипятят 3 ч, охлаждают, выливают в холодную воду, выпавший осадок отфильтровывают. Выход 0.63 г (56%), т. пл. 128–130 °С (из этанола). ИК спектр, ν , см^{-1} : 1190 (–O–). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 172.6 (2C-4,6 триазины); 162.2 (C-2 триазины); 153.4 (C-3 триазола); 145.4 (C-5 триазола); 55.7 (2C, CH_3). Найдено, %: C 40.87; H 4.02; N 39.79. $\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_6\text{O}_2$. Вычислено, %: C 40.38; H 3.85; N 40.38.

2,4-Ди(тетразол-1-ил)-6-диэтиламино-1,3,5-триазин (10a). К раствору 1.2 г (5 ммоль) триазины **5** в 7 мл ацетона добавляют раствор 1 г (15 ммоль) тетразола и 1.6 г (16 ммоль) триэтиламина в 7 мл ацетона и 2 мл воды, кипятят 2 ч, охлаждают, выливают в холодную воду, выпавший осадок отфильтровывают. Выход 1.1 г (71%), т. пл. 147–148 °С (из воды). ИК спектр, ν , см^{-1} : 1640 (C=N). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 13.0 (2C, CH_3); 43.9 (2C, CH_2); 143.6 (2C тетразола); 159.9 (2C-2,4 триазины); 164.3 (C-6 триазины). Найдено, %: C 37.27; H 3.93; N 57.46. $\text{C}_9\text{H}_{12}\text{N}_{12}$. Вычислено, %: C 37.5; H 4.17; N 58.33.

2,4-Ди(5-фенилтетразол-1-ил)-6-диэтиламино-1,3,5-триазин (10b). К смеси 0.5 г (2.3 ммоль) триазины **5** и 0.66 г (4.5 ммоль) 5-фенилтетразола в 10 мл ацетона и 1 мл воды добавляют 0.38 г (4.5 ммоль) NaHCO_3 , кипятят 3 ч, охлаждают, выливают в холодную воду со льдом, выпавший осадок отфильтровывают. Выход 0.5 г (51%), т. пл. 130 °С (с разл.). ИК спектр, ν , см^{-1} : 1605 (Ph). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 13.2 (2C, CH_3); 43.2 (2C, CH_2); 145.6 (2C тетразола); 158.5 (2C-2,4 триазины); 164.6 (C-6 триазины). Найдено, %: C 57.85; H 3.83; N 37.75. $\text{C}_{21}\text{H}_{20}\text{N}_{12}$. Вычислено, %: C 57.27; H 4.55; N 38.18.

Соединения 10c,d получают аналогично.

2,4-Ди(4-нитро-1,2,3-триазол-2-ил)-6-диэтиламино-1,3,5-триазин (10c) получают из 0.5 г (2.3 ммоль) триазины **5**, 0.52 г (4.5 ммоль) 4-нитро-1,2,3-триазола и 0.38 г (4.5 ммоль) NaHCO_3 в 10 мл ацетона и 1 мл воды. Выход 0.63 г (75%), т. пл. 206–208 °С (из смеси ДМФА–этанол). ИК спектр, ν , см^{-1} : 1560 (NO_2). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 163.2 (C-6 триазины); 159.2 (2C-2,4 триазины); 152.3 (2C-4 триазола); 123.8 (2C-5 триазола); 41.5 (2C, CH_2); 12.5 (2C, CH_3). Найдено, %: C 35.03; H 3.44; N 44.21. $\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_{12}\text{O}_4$. Вычислено, %: C 35.11; H 3.19; N 44.68.

2,4-Ди-(1,2,4-триазол-1-ил)-6-диэтиламино-1,3,5-триазин (10d) получают из 0.5 г (2.3 ммоль) триазины **5**, 0.31 г (4.5 ммоль) 1,2,4-триазола и 0.38 г (4.5 ммоль) NaHCO_3 в 10 мл ацетона и 1 мл воды в течение 10 ч. Выход 0.4 г (62%), т. пл. 134–136 °С (из воды). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 164.5 (C-6 триазины); 160.8 (2C-2,4 триазины); 153.7 (2C-3 триазола); 146.1 (2C-5 триазола); 43.2 (2C, CH_2); 12.7 (2C,

CH₃). Найдено, %: С 46.54; Н 4.81; N 48.32. С₁₁Н₁₄N₁₀. Вычислено, %: С 46.15; Н 4.90; N 48.95.

Работа выполнена при финансовой поддержке ФЦП "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России". Госконтракт № 1474.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. О. Н. Верхозина, В. Н. Кижняев, Л. И. Верещагин, А. В. Рохин, А. И. Смирнов, *ЖОрХ*, **39**, 1863 (2003).
2. Л. И. Верещагин, О. Н. Верхозина, А. Г. Пройдаков, А. И. Смирнов, В. Н. Кижняев, *XTC*, 1432 (2008). [*Chem. Heterocycl. Comp.*, **44**, 1158 (2008)].
3. J. R. Dudley, J. T. Thurston, F. C. Schaefer, D. Holm-Hansen, C. J. Hull, P. Adams, *J. Am. Chem. Soc.*, **73**, 2986 (1951).
4. W. M. Pearlman, C. K. Banks, *J. Am. Chem. Soc.*, **70**, 3726 (1948).

*Институт нефте- и углехимического
синтеза при Иркутском государственном
университете, Иркутск 664003, Россия
e-mail: kizhnyaev@chem.isu.ru*

Поступило 30.01.2009